

(19) BUNDESREPUBLIK

DEUTSCHLAND



DEUTSCHES

PATENTAMT

(12) Offenlegungsschrift

(11) DE 3321180 A1

(61) Int. Cl. 3:

C 09 D 3/66

C 09 D 5/02

C 09 D 5/38

B 05 D 7/16

B 05 D 5/06

(21) Aktenzeichen: P 33 21 180.9

(22) Anmeldetag: 11. 6. 83

(43) Offenlegungstag: 13. 12. 84

(71) Anmelder:

Bayer AG, 5090 Leverkusen, DE

(72) Erfinder:

Traenckner, Hans-Joachim, Dipl.-Chem. Dr., 4150 Krefeld, DE; Kremer, Wolfgang, 4173 Kerken, DE; Küchenmeister, Rolf, Dipl.-Chem. Dr., 4150 Krefeld, DE; Weider, Franz, Dipl.-Chem. Dr., 5090 Leverkusen, DE

(54) Verfahren zur Herstellung von wässrigen Dispersionen und deren Verwendung zur Herstellung von Metalleffektlackierungen

Ein Verfahren, wonach man Bindemittel, Pigmente, Aluminiumbronze und gegebenenfalls weitere Hilfsmittel zu einer Mischung vereinigt, die maximal 30% organisches Lösungsmittel enthält, und diese Mischung in Gegenwart eines Emulgators zu einer wässrigen Dispersion verarbeitet, führt zu Lacken, die sich hervorragend als Basislack für Zweischicht-Metalleffekt-Lackierungen eignen.

PATENTAMT

- 20 -

Patentansprüche

1)

Verfahren zur Herstellung eines wäßrigen Metall-effekt-Basislacks aus

5

A) 10-30 Gew.-Teilen ölfreiem Polyester, Alkyd-harz und/oder Polyacrylatharz einer Säurezahl von höchstens 15,

B) 2,5-15 Gew.-Teilen wasserlösliches Aminoplast-harz,

C) 2-10 Gew.-Teilen Aluminiumbronze,

10

D) 0,1-5 Gew.-Teilen Emulgator,

E) 0-10 Gew.-Teilen Celluloseester,

F) organischem Lösungsmittel und gegebenenfalls

G) weiteren Hilfsmitteln,

dadurch gekennzeichnet, daß man

15

I. zuerst die Komponenten A-C, gegebenenfalls D, gegebenenfalls E und so viel F und gegebenenfalls G miteinander mischt, daß diese Mischung weniger als 30 Gew.-% F und weniger als 20 Gew.-% Wasser enthält, und

11-00-00

2

3321180

- 21 -

5

II. anschließend diese Mischung, gegebenenfalls mit D (falls nicht bereits im Schritt I zugegeben) und mit so viel Wasser, daß sich die Komponenten A-G zusammen mit dem Wasser auf 100 Gew.-Teile ergänzen, zu einer Dispersion verarbeitet.

2. Verwendung nach Verfahren gemäß Anspruch 1 hergestellter Dispersionen zur Herstellung von Metall-effekt-Zweischicht-Lackierungen.

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT 5090 Leverkusen, Bayerwerk

Zentralbereich  
Patente, Marken und Lizenzen Pv/by-c

10. Juni 1983

Verfahren zur Herstellung von wäßrigen Dispersionen und deren Verwendung zur Herstellung von Metalleffektlackierungen

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung wäßriger Dispersionen auf Basis eines wasserunlöslichen Polyesters, Alkydharzes oder Polyacrylatharzes, Aluminiumbronze und gegebenenfalls eines Celluloseesters sowie die Verwendung dieser Dispersionen zur Herstellung von Metalleffektlackierungen.

Metalleffektlackierungen erfreuen sich großer Beliebtheit, insbesondere bei den Käufern von Kraftfahrzeugen. Zur Beschichtung bedient man sich dabei vornehmlich des Zweischicht-Naß-in-Naß-Lackierverfahrens, wobei zuerst ein pigmentierter, Aluminiumbronze enthaltender Basislack aufgespritzt wird, der nach kurzer Zwischenabluftung ohne zwischenzeitliches Einbrennen mit einem Klarlack überspritzt wird. Beide Schichten werden anschließend gemeinsam eingearbeitet. Dieses Zweischicht-Lackierverfahren vereinigt Produktionssicherheit mit

hoher technischer Qualität der erhaltenen Lackierungen. Im Hinblick auf Umweltschutz und Rohstoffkosten ist es erwünscht, die Lacke in Form wäßriger Dispersionen einzusetzen.

5 Hauptproblem der Metalleffekt-Zweischicht-Lackierung bei Verwendung wäßriger Dispersionen ist der Umstand, daß sich an der Grenzfläche beider Schichten eine bindemittelarme Zone ausbildet, die zu einer verminderten Haftung des Klarlacks auf dem Basislack führt.

10 Zu beachten ist weiterhin, daß zur Lösung des erfundungsgemäßen Problems nur solche Maßnahmen tauglich erscheinen, die ohne allzu hohe Scherenergie auskommen, da andernfalls die blättchenförmige Aluminiumbronze teilweise zerstört werden und der 15 erreichbare Metalleffekt leiden würde.

Aus der europäischen Patentanmeldung 38 127 sind wäßrige Basislacke für Metalleffekt-Zweischicht-Lackierungen auf der Grundlage eines teilvernetzten polymeren Mikrogels bekannt, das pseudoplastischen 20 oder thixotropen Charakter besitzt. Die europäische Patentanmeldung 69 936 betrifft ein Verfahren zur Herstellung wäßriger Dispersionen, die als Basislacke für Metalleffekt-Zweischicht-Lackierungen verwendet werden können, wobei ungesättigte Verbindungen 25 in Gegenwart von Celluloseester polymerisiert werden. Beide Anmeldungen können jedoch die oben geschilderte Aufgabe nicht lösen.

11.06.83

5

3321180

- 3 -

Überraschenderweise führt ein Verfahren zum Ziel, wo-  
nach man Bindemittel, Pigment, Aluminiumbronze und  
gegebenenfalls weitere Hilfsmittel zu einer Mischung  
vereinigt, die maximal 30 Gew.-% organisches Lösungs-  
mittel enthält, und die entstandene Mischung in Gegen-  
wart eines Emulgators zu einer wäßrigen Dispersion ver-  
arbeitet. Man erhält auf diese Weise einen unmittelbar  
applizierbaren wäßrigen Metalleffekt-Basislack für die  
Zweischicht-Lackierung. Daraus hergestellte Basislackie-  
rungen zeigen hervorragende Zwischenschichthaftung zum  
Klarlack und einen Metalleffekt, der beim Naß-in-Naß-Auf-  
trag des Klarlacks störungsfrei erhalten bleibt.

Gegenstand der Erfindung ist also ein Verfahren zur  
Herstellung eines wäßrigen Metalleffekt-Basislacks  
aus

- A) 10-30 Gew.-Teilen ölfreiem Polyester, Alkydharz und/  
oder Polyacrylatharz einer Säurezahl von höchstens  
15, vorzugsweise von höchstens 8,
- B) 2,5-15 Gew.-Teilen wasserlösliches Aminoplastharz,
- C) 2-10 Gew.-Teilen Aluminiumbronze,
- D) 0,1-5 Gew.-Teilen Emulgator,
- E) 0-10 Gew.-Teilen Celluloseester,

F) organischem Lösungsmittel und gegebenenfalls

G) weiteren Hilfsmitteln,

dadurch gekennzeichnet, daß man

I. zuerst die Komponenten A-C, gegebenenfalls D,  
5 gegebenenfalls E und so viel F und gegebenenfalls  
G miteinander mischt, daß diese Mischung weniger als  
30 Gew.-% F und weniger als 20 Gew.-% Wasser enthält,  
und

10 II. anschließend diese Mischung gegebenenfalls mit D  
(falls nicht bereits in Schritt I zugegeben) und mit  
so viel Wasser, daß sich die Komponenten A-G  
zusammen mit dem Wasser auf 100 Gew.-Teile er-  
gänzen, zu einer Dispersion verarbeitet.

15 Weiterer Gegenstand der Erfindung ist die Verwendung  
von derart hergestellten Dispersionen zur Herstellung  
von Metalleffekt-Zweischicht-Lackierungen.

Bevorzugte ölfreie Polyester und Alkydharze A) sind  
solche, die man durch Polykondensation nach bekannten  
Verfahren aus Alkoholen und Carbonsäuren herstellen  
20 kann, wie sie z.B. in Römpf's Chemielexikon, Bd. 1,  
S. 202, Frankh'sche Verlagsbuchhandlung, Stuttgart,  
1966 definiert oder bei D.H. Solomon, The Chemistry  
of Organic Filmformers, S. 75-101, John Wiley & Sons  
Inc., New York, 1967 sowie in H. Wagner und H.F. Sarx,  
25 Lackkunstharze, Carl Hanser Verlag, München 1971,  
S. 96-113, beschrieben sind.

Unter "Alkydharzen" werden in dieser Anmeldung fett-säure- und ölmodifizierte Polyester verstanden.

Für die Synthese der Polyester bzw. Alkydharze A bevorzugte Säurekomponenten sind aliphatische, cycloaliphatische gesättigte oder ungesättigte und/oder aromatische mehrbasische Carbonsäuren, vorzugsweise Di-, Tri- und Tetracarbonsäuren, mit 2 bis 14, vorzugsweise 4 bis 12 C-Atomen pro Molekül oder deren veresterungsfähige Derivate (z.B. Anhydride oder Ester), z.B. Phthalsäureanhydrid, Isophthalsäure, Terephthalsäure, Tetrahydro- und Hexahydrophthal-säureanhydrid, Endomethylentetrahydrophthalsäure, Bernsteinsäure, Glutarsäure, Sebacinsäure, Azelainsäure, Trimellithsäure und Trimellithsäureanhydrid, Pyromellithsäureanhydrid, Fumarsäure und Maleinsäure. Phthalsäureanhydrid ist die gebräuchlichste Säurekomponente. Die Polyester bzw. Alkydharze A sollen nicht mehr als 20 Mol-%, bezogen auf die einkondensierten Polycarbonsäurereste, Fumar- und Maleinsäurereste enthalten.

Für die Synthese der Polyester bzw. Alkydharze A bevorzugte Alkohole sind aliphatische, cycloaliphatische und/oder araliphatische Alkohole mit 1-15, vorzugsweise 2-6 C-Atomen, und 1-6, vorzugsweise 1-4, an nicht-aromatische C-Atome gebundenen OH-Gruppen pro Molekül, z.B. Glykole wie Ethylenglykol, Propandiol-1,2 und -1,3, Butandiol-1,2, -1,3, und -1,4, 2-Ethyl-

- 6 -

propandiol-1,3, 2-Ethylhexandiol-1,3, Neopentylglykol,  
2,2-Trimethylpentandiol-1,3, Hexandiol-1,6, Cyclohexan-  
diol-1,2 und -1,4, 1,2- und 1,4-Bis-(hydroxymethyl)-  
cyclohexan, Adipinsäure-bis-(ethylenglykolester);  
5 Etheralkohole wie Di- und Triethylenglykol, Dipropylen-  
glykol; oxalkylierte Bisphenole mit zwei C<sub>2</sub>-C<sub>3</sub>-Oxalkyl-  
gruppen pro Molekül, perhydrierte Bisphenole; Butan-  
triol-1,2,4, Hexantriol-1,2,6, Trimethylolethan, Tri-  
methylopropan, Trimethylohexan, Glycerin, Pentaery-  
10 thrit, Dipentaerythrit, Mannit und Sorbit; kettenab-  
brechende einwertige Alkohole mit 1 bis 8 Kohlen-  
stoffatomen wie Propanol, Butanol, Cyclohexanol und  
Benzylalkohol. Die gebräuchlichsten Alkohole sind Gly-  
cerin, Trimethylopropan, Neopentylglykol und Penta-  
15 erythrit.

Für die Herstellung der Polyester bzw. Alkydharze A  
bevorzugte Monocarbonsäuren sind aliphatische, cyclo-  
aliphatische gesättigte und ungesättigte und/oder  
aromatische Monocarbonsäuren mit 3-24 C-Atomen pro  
20 Molekül wie Benzoesäure, p-tert.-Butylbenzoesäure,  
Tolylsäure, Hexahydrobenzoesäure, Abietinsäure und  
Milchsäure.

Die Alkydharze bzw. Polyester A können auch einwer-  
tige Alkohole wie Methanol, Propanol, Cyclohexanol,  
25 2-Ethylhexanol, Benzylalkohol in Mengen bis zu 15  
Gew.-%, bezogen auf Alkydharze bzw. Polyester A, ein-  
kondensiert enthalten. Ebenso ist es möglich, bis zu  
25 % der Esterbindungen durch Urethanbindungen zu er-  
setzen.

- 7 -

Die in den Rahmen der Erfindung fallenden Alkydharze bzw. Polyester sind wasserunlösliche, schmelzbare Massen, welche ohne weitere Zusätze nicht in der wäßrigen Phase verteilbar sind. Es ist deswegen nicht erwünscht, Polyalkylenoxide, sogenannte Polywachse, als mehrwertige Alkohole zur Synthese von Komponente A zu verwenden, da derartige Bestandteile das Harz hydrophil machen, was sich in geringer Wasserbeständigkeit des gehärteten Produktes auswirkt.

10 In den Alkydharzen A beträgt die Öllänge, berechnet als Triglycerid und bezogen auf das Alkydharz, in der Regel 5 bis 50, vorzugsweise 20 bis 40 Gew.-%. Die trocknenden oder nichttrocknenden Fettsäuren die im allgemeinen 6 bis 24 C-Atome enthalten, können ent-  
15 weder als solche oder in Form ihrer Glycerinester (Triglyceride) eingesetzt werden.

Als bevorzugt sind pflanzliche und tierische Öle, Fette oder Fettsäuren zu nennen, wie z.B. Kokos-, Erdnuß-, Ricinus-, Holz-, Oliven-, Sojabohnen-, Lein-, Baumwollsaaatöl, Saffloröl oder -ölfettsäuren, dehydratisiertes Ricinusöl bzw. -fettsäure, einfache ungesättigte Fettsäuren, Schmalz, Talg und Trane, Tallölfettsäure sowie synthetische Fettsäuren, die durch Konjugierung oder Isomerisierung aus natürlichen ungesättigten Ölen oder Fettsäuren hergestellt sein können. Bevorzugte gesättigte Fettsäuren sind z.B. Kokosölfettsäuren,  $\alpha$ -Ethylhexansäure, Isononansäure (3,4,4-Trimethylhexansäure) sowie Palmitin- und

10

- 8 -

Stearinsäure und synthetische gesättigte verzweigte Fettsäuren.

Das als Zahlenmittel bestimmte Molekulargewicht der Polyester bzw. Alkydharze A beträgt 2000 - 10.000

5 (bis zu Molekulargewichten von 5000 dampfdruck-  
osmometrisch bestimmt in Dioxan und Aceton, wobei bei differierenden Werten der niedrigere Wert als korrekt angesehen wird; bei Molekulargewichten über 5000 membranosmometrisch in Aceton bestimmt).

10 Bevorzugte Polyacrylatharze A erhält man durch Copolymerisation von Vinyl- bzw. Vinylidenmonomeren, wie z.B. Styrol,  $\alpha$ -Methylstyrol, o- bzw. p-Chlorstyrol, o-, m- oder p-Methylstyrol, p-tert.-Butylstyrol, (Meth-)Acrylsäure, (Meth-)Acrylnitril, Acryl- und Methacrylsäurealkylester mit 1 bis 8 C-Atomen in der Alkoholkomponente, beispielsweise Ethylacrylat, Methylacrylat, n- bzw. iso-Propylacrylat, n-Butylacrylat, 2-Ethylhexylacrylat, 2-Ethylhexylmethacrylat, Isooctylacrylat, tert.-Butylacrylat, Methylmethacrylat,

15 20 Ethylmethacrylat, n- bzw. iso-Propylmethacrylat, Butylmethacrylat, Isooctylmethacrylat und gegebenenfalls Mischungen derselben; Hydroxyalkyl(meth)acrylate mit 2-4 C-Atomen in der Alkylgruppe, z.B. 2-Hydroxyethyl(meth)-acrylat, 2-Hydroxypropyl(meth)-acrylat, 4-Hydroxybutyl(meth)-acrylat; Trimethylolpropanmono(meth)-acrylat, Pentaerythritmono(meth)-acrylat, Diester der Fumarsäure, Itaconsäure, Maleinsäure mit 4-8 Kohlenstoffatomen in der Alkoholkomponente; Acrylnitril,

M  
- 9 -

(Meth)acrylsäureamid, Vinylester von Alkanmonocarbon-säuren mit 2-5 Kohlenstoffatomen wie Vinylacetat oder Vinylpropionat oder Mischungen der genannten Monomeren, N-Methoxymethyl (meth)acrylsäureamid.

5 Bevorzugte Monomere sind Styrol und (Meth)Acrylsäure-alkylester mit 1-8 C-Atomen in der Alkoholkomponente und deren Mischungen.

Die Polyacrylatharze A besitzen mittlere Molekulargewichte  $\bar{M}_n$  von 1000-20 000, wobei die Molekulargewichte wie oben für die Polyester bzw. Alkydharze A beschrieben, bestimmt werden können.

Die Monomeren werden im wesentlichen in den gleichen Verhältnissen, wie sie zur Polymerisation eingesetzt sind, in das Copolymerisat A eingebaut, wobei die einpolymerisierten Einheiten im wesentlichen statistisch verteilt sind.

Wasserlösliche Aminoplastharze B im Sinne der Erfindung sind gegebenenfalls modifizierte und plastifizierte Harnstoffharze, Melaminharze sowie Guanamin- und Sulfonamidharze. Es handelt sich dabei jeweils um Kondensationsprodukte von Formaldehyd mit Harnstoff, Melamin, Guanamin und Sulfonamid, die üblicherweise im alkalischen Medium hergestellt werden.

Bevorzugte Emulgatoren D sind in Ullmann's Encyclopädie der technischen Chemie, 4. Auflage, Band 10,

449-473, Verlag Chemie, Weinheim 1975, und in Mc Cutcheon's "Detergents & Emulsifiers", Mc Cutcheon Division, Mc Publishing Co., Glen Rock, N.J. (1979) beschrieben.

5 Besonders bevorzugte Emulgatoren D sind anionenaktive Emulgatoren, die sich von nicht-ionogenen Tensiden ableiten; also vorzugsweise Carboxylate, Sulfonate, Sulfate, Phosphate, Phosphite und Phosphonate, die aus oberflächenaktiven Alkyl-, Aryl-, Acyl-, Alkaryl-  
10 polyglykolethern, acylierten bzw. alkylierten Alkanol-aminpolyglykolether hergestellt werden, wobei unter "Polyglykolether" insbesondere Polyethylenglykole, Polypropylenglykole und Poly(ethylen/propylen)-glykole mit mittleren Molekulargewichten  $M_n$  von 500 bis 3000  
15 verstanden werden.

So können die oberflächenaktiven nicht-ionigen Tenside nach literaturbekannten Verfahren (Dr. K. Lindner, Tenside, Textilhilfsmittel, Waschrohstoffe, Wissenschaftl. Verlagsgesellschaft, Stuttgart 1964), z.B.  
20 durch Umsetzung mit  $\gamma$ -Halogencarbonsäuren zu Carboxylaten, mit Schwefelsäure oder Chlorsulfonsäure zu Sulfaten, mit Phosphoroxiden, Phosphorhalogeniden oder Phosphorsäure zu Phosphiten oder Phosphaten, durch Umsetzung mit Epichlorhydrin und anschließende Reaktion  
25 mit Natriumhydrogensulfit, durch Umsetzung mit Sulfonen, durch Umsetzung mit Isäthionsäure oder Chlorethan-sulfonsäure oder durch Umsetzung mit Maleinsäurean-

hydrid und anschließende Natriumhydrogensulfitaddition zu Sulfonaten oder durch Umsetzung mit Phosphonocarbon-säuren zu Phosphonaten, hergestellt werden.

Als Ausgangsmaterialien für die Herstellung der anionen-aktiven Emulgatoren D geeignete bevorzugte nicht-ionogene Tenside sind Alkyl-, Acyl-, Aryl-, Alkylarylpolyglykol-ether, die 10-20 C-Atome im Alkyl-, Acyl-, Aryl- oder Alkylarylrest aufweisen und durch Alkoxylierung von in der Tensidchemie üblichen Alkanolen, Carbonsäuren, Phenolen oder Alkylphenolen mit Ethylenoxid und/oder Propylenoxid entstehen. Bei diesen Ethylenoxid/Propylen-oxid-Mischethern kann es sich um in der Tensidchemie übliche Block-, Misch- oder Mischblockaddukte handeln.

Besonders bevorzugte anionenaktive Emulgatoren D sind Phosphate, Sulfate und insbesondere Sulfonate auf Basis von Sulfobernsteinsäure, die sich von  $C_{12}$ - $C_{18}$ -Alkyl- oder Octyl- oder Nonylphenylpolyethoxylaten ableiten, die im Mittel mehr als 10 Ethylenoxideinheiten und vorzugsweise mehr als 20 Ethylenoxideinheiten pro Molekül aufweisen, sowie deren Mischungen.

Bevorzugte Celluloseester E sind die Umsetzungsprodukte von Cellulose mit Essigsäureanhydrid und Butter-säure- oder Propionsäureanhydrid, wobei noch freie OH-Gruppen erhalten bleiben. Insbesondere sind die Cellulosemischester der Essigsäure und Buttersäure geeignet (Ullmann, Encyclopädie der Technischen Chemie, Verlag Chemie, Weinheim, Bd. 9, S. 227).

Bevorzugte organische Lösungsmittel F sind solche Lösungsmittel, die bei Raumtemperatur mit Wasser in den Verhältnissen, die beim Herstellen der Dispersion durchlaufen werden, nicht einphasig mischbar sind, also insbesondere Essigsäure- und Propionsäure-C<sub>1</sub>-C<sub>5</sub>-alkylester, wie Methyl-, Ethyl-, Propyl-, Isopropyl-, n-Butyl-, iso-Butyl-, sec-Butyl-, Amyl-, Methoxypropyl-, 3-Methoxybutylacetat bzw. -propionat. Eine Übersicht der für diese Anwendung gebräuchlichen Lösungsmittel findet sich in "Lacke und Lösungsmittel", Verlag Chemie, Weinheim 1979, S. 158 ff.

Weitere Hilfsmittel G sind beispielsweise Wasser, Verlaufshilfsmittel, Thixotropiermittel, wachsähnliche Stoffe, wie Ethylen-Copolymerisate, Netzmittel, Verdicker, Konservierungsmittel und Pigmente.

Das Dispergieren kann im Prinzip so erfolgen, daß man aus den Komponenten A, B, C, E, F und G eine Paste herstellt, die man dann in die den Emulgator D enthaltende wäßrige Phase einbringt. In der Regel wird man jedoch vorziehen, das Wasser in eine Mischung bestehend aus den Komponenten A-F und gegebenenfalls G einzurühren.

Nach einer besonders bevorzugten Ausführungsform wird in einem Rührkessel ein ölfreier Polyester mit einer OH-Zahl von 35 bis 70, 50-80 %ig in einem organischen Lösungsmittel gelöst und mit einem Celluloseester, vorzugsweise Celluloseacetobutyrat, ca. 15-30 gew.-%ig in

*15**- 18 -*

einem organischen Lösungsmittel gelöst, vereinigt. Des weiteren wird ein Aminoplastharz, ca. 60 gew.-%ig in Wasser, sowie der Emulgator, die Hilfsmittel sowie die Aluminiumbronze und das farbgebende Pigment zugefügt.  
5 Nach weiterem Homogenisieren wird langsam Wasser zuge- tropft. Dabei durchläuft die anfänglich vorliegende Wasser-in-Öl-Emulsion den sogenannten Inversionspunkt und bildet eine Öl-in-Wasser-Emulsion.

Bei der Herstellungsweise über die Paste und anschließen-  
10 des Dispergieren ist gewährleistet, daß die Aluminium- bronze homogen in den einzelnen Teilchen der dispersen Phase verteilt ist.

Die Zweischicht-Metalleffekt-Lackierung kann bei Tem-  
15 peraturen von 80 bis 180°C, vorzugsweise 110 bis 140°C eingebrannt werden.

11-106-003  
16  
- 24 -

### Beispiele

Die in den folgenden Beispielen genannten Teile sind Gewichtsteile, Prozentangaben beziehen sich auf das Gewicht.

5      Beispiel 1

20,96 Teile eines ölfreien Polyesters, hergestellt aus 27,23 Teilen Terephthalsäure, 24 Teilen Isophthalsäure, 41 Teilen Neopentylglykol, 8,7 Teilen Trimethylolpropan und 13 Teilen Adipinsäure mit einer OH-Zahl von 57 und einer Säurezahl von 4,80 %ig in 3-Methoxybutylacetat gelöst, wurde in einem Labor-dissolver mit einer Randgeschwindigkeit der Dissolver-scheibe von 3 m/sec mit 2 Teilen eines Emulgators (Natriumsalz des Phosphorsäureesters von Nonylphenol, umgesetzt mit 20 Mol Ethylenoxid) homogenisiert. An-schließend wurden 2,1 Teile Celluloseacetobutyrat, in 8,4 Teilen Butylacetat gelöst, sowie 9 Teile eines wasserlöslichen Harnstoff/Formaldehyd-Harzes, in 9 Teilen Wasser gelöst, und 0,37 Teile eines Verdickungs-mittels, in 1,3 Teilen Wasser gelöst, zugegeben. Nachdem diese Mischung zu einer homogenen Paste verrührt worden ist, wurde diese portionsweise mit 6 Teilen Aluminiumbronze versetzt und anschließend langsam mit 35,8 Teilen Wasser verarbeitet, bis ein wäßriger Dispersionslack mit einem Festkörpergehalt von 40,43 %, einem Gehalt von 13,6 % Lösungsmittel und einer Vis-

17

- 15 -

5 kosität entsprechend einer Auslaufzeit von 58 sec  
(DIN 53 211, DIN-4-Becher) vorlag.

#### Vergleichsbeispiel 1

10 Es wurden 43,5 Teile einer 48,3 %igen wäßrigen Disper-  
sion bestehend aus 72,1 % des ölfreien Polyesters aus  
Beispiel 1 und 24 % Celluloseacetobutyrat sowie 3,9 %  
eines Emulgators (Natriumsalz der Sulfonobernstein-  
säure, verestert mit ethoxyliertem Nonylphenol mit  
30 Mol Ethylenoxid) langsam mit 8 Teilen Aluminium-  
bronze und 11 Teilen eines 50 %igen wäßrigen Harnstoff/  
Formaldehyd-Harzes versetzt. Anschließend wurden 15  
Teile eines Lösungsmittelgemisches, bestehend aus gleichen  
Teilen Ethylglykol, Ethylglykolacetat, Methylglykol,  
Methylglykolacetat sowie Diacetonalkohol, und 2 Teile des  
15 Natriumsalzes des Phosphorsäureesters eines mit 20 Mol  
Ethylenoxid umgesetzten Nonylphenols in einem Labordi-  
ssolver versetzt. Anschließend wurden 31,5 Teile Wasser  
zugefügt. Es resultierte ein wäßriger Dispersionslack  
mit einem Festkörpergehalt von 28 %, einem Lösungsmittel-  
anteil von 15 % und einer Viskosität entsprechend einer  
20 Auslaufzeit von 12 sec (DIN 53 211, DIN-4-Becher).

#### Anwendung

25 Die wäßrigen Basislacke aus Beispiel 1 und Vergleichs-  
beispiel 1 wurden auf einem mit einer kataphoretisch auf-  
gebrachten Grundierung und nachfolgendem Füller beschich-  
teten Stahlblech mit einer Spritzpistole im Abstand von  
30-40 cm, bei einer Düsenbohrung von 1,4 mm und einem

Spritzdruck von 4,0 bar in einem Kreuzgang appliziert. Anschließend wurde 3 Minuten mit auf 60°C erwärmer Luft abgelüftet. Die erreichten Trockenschichtdicken betrugen 10-15 µm. Anschließend wurde auf den jeweiligen Basislack 5 ein kommerzieller Polyacrylat-Lack aus 75 Teilen eines durch Polymerisation von 21 Teilen Styrol, 28 Teilen Butylacrylat, 21 Teilen Methylmethacrylat, 29 Teilen Hydroxypropylacrylat und 2 Teilen Acrylsäure hergestellten Polyacrylats mit einem mittleren Molekulargewicht  $\bar{M}_n$  von 2000, einer OH-Zahl von 135 und einer Säurezahl von 20, gelöst in Xylol/Butylacetat (1:1 Gewichtsteile) und 25 Teilen eines handelsüblichen, wasserunlöslichen teilweise Isobutanol-veretherten Melaminharzes aufgebracht und bei 130°C/30 min. eingearbeitet.

10  
15  
15 brannt.

### Beispiel 2

Die Herstellung eines wäßrigen Basislacks wurde analog Beispiel 1 unter Mitverwendung farbgebender Pigmente wiederholt:

20 Zusammensetzung: 21 Teile ölfreier Polyester, in 9 Teilen Butylacetat gelöst,  
5 Teile Butylacetat,  
2 Teile Emulgator wie in Beispiel 1,  
5,6 Teile Harnstoffharz, in 5,6 Teilen Wasser gelöst,  
25 0,1 Teil Pigmentverteiler, in 0,4 Teilen Wasser gelöst,

19  
- 21 -

0,375 Teile Verdickungsmittel, in 1,125 Teilen  
Wasser gelöst,

0,2 Teile Konservierungsmittel

2 Teile Aluminiumbronze und

5 Teile Pigment.

5

Die aufgeführten Lackbestandteile wurden, wie in Beispiel 1 beschrieben, zu einer viskosen, gut rührbaren Paste verarbeitet und anschließend unter Zugabe von 42,6 Teilen Wasser in eine wäßrige Dispersion überführt. Es resultierte eine Dispersion mit einem Festkörpergehalt von 36,2 %, einem Lösungsmittelgehalt von 14,0 % und einer Viskosität entsprechend einer Auslaufzeit von 22 sec. (DIN 53 211, DIN Becher 4). Anschließend wurde sie, wie oben beschrieben, zu einer 2-Schicht-Metalleffekt-Lackierung verarbeitet.

15

### Beispiel 3

Die Herstellung eines wäßrigen Basislacks gemäß Beispiel 1 wurde wiederholt mit dem Unterschied, daß kein Celluloseacetobutyrat mitverwendet wurde.

20 Aus 21,04 Teilen ölfreien Polyester, in 5,26 Teilen Butylacetat gelöst,

2,0 Teilen Emulgator wie in Beispiel 1,

5,6 Teilen Harnstoffharz, in 5,6 Teilen Wasser gelöst,

25 0,375 Teilen Verdicker, in 1,125 Teilen Wasser,

6 Teilen Aluminiumbronze und

8,5 Teilen 3-Methoxybutylacetat

3321130

20

- 18 -

5

wurde eine viskose, gut rührbare Paste hergestellt und mit 44,5 Teilen Wasser in eine wäßrige Dispersion mit einem Festkörpergehalt von 35,1 %, einem Gehalt von 13,8 % organisches Lösungsmittel und einer Viskosität entsprechend einer Auslaufzeit von 24 sec. (DIN 53 211, DIN-4-Becher) überführt.

Le A 22 351

21  
- 49 -Beispiel 1 Vergleich 1 Beispiel 2 Beispiel 3

Gardner-Glanz)	'ohne Belastung	88	87	88	89
(20 °-Winkel)	nach 1000 h Weatherometer	86	87	87	87
nach DIN 67 530	nach 2000 h Weatherometer	83	81	83	84
<hr/>					
Rißbildung nach 2000 h Weatherometer		o.B.	o.B.	o.B.	o.B.
Haftung (Gitterschnitt) ohne Belastung		0-1	4	0	0
Prüfung nach DIN 53 151) nach 1000 h Weatherometer		0-1	4	0-1	0-1
nach 2000 h Weatherometer		0-1	4	0-1	0-1

Die Gitterschnittprüfung ergibt ein Maß für die Zwischenschichthaftung.